

**METHOD FOR PURIFYING ETHYL ACETATE**

Patent Number: JP5186392  
Publication date: 1993-07-27  
Inventor(s): SASAKI TAKAHARU; others: 02  
Applicant(s): SHOWA DENKO KK  
Requested Patent: ☐ JP5186392  
Application Number: JP19920003237 19920110  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C07C69/14; C07C67/54  
EC Classification:  
Equivalents: JP3160983B2

**Abstract**

**PURPOSE:**To obtain a method for efficiently separating and purifying ethyl acetate from a mixture of the ethyl acetate with ethyl alcohol and water by using one distillation column.

**CONSTITUTION:**A condensate is separated into an enriched aqueous phase part 3 and a depleted aqueous phase part 2 in an overhead condenser 14 of a distillation column. Only the depleted aqueous phase part 2 is selectively refluxed through a depleted aqueous phase refluxing pipe 6 to the distillation column and water is further added and injected from a water injecting pipe 9 in a recovering part of the distillation column to recover the ethyl acetate substantially without containing ethyl alcohol and water from the bottom of the distillation column. Thereby, the ethyl acetate can efficiently be separated and purified from the ternary mixture.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-186392

(43) 公開日 平成5年(1993)7月27日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

C 0 7 C 69/14  
67/54

識別記号

庁内整理番号

8018-4H  
8018-4H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数2(全4頁)

(21) 出願番号 特願平4-3237

(22) 出願日 平成4年(1992)1月10日

(71) 出願人 000002004

昭和電工株式会社  
東京都港区芝大門1丁目13番9号

(72) 発明者 佐々木 高治

大分県大分市大字中の洲2番地 昭和電工  
株式会社大分工場内

(72) 発明者 宮成 高重

大分県大分市大字中の洲2番地 昭和電工  
株式会社大分工場内

(72) 発明者 飯塚 幸男

大分県大分市大字中の洲2番地 昭和電工  
株式会社大分工場内

(74) 代理人 弁理士 寺田 實

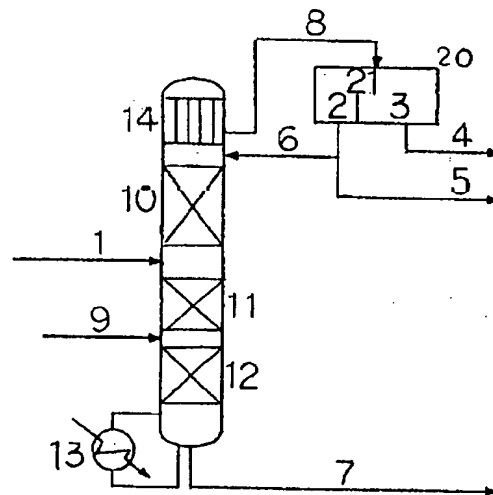
(54) 【発明の名称】 酢酸エチルの精製方法

(57) 【要約】

【目的】 酢酸エチル、エチルアルコール及び水の混合物から一本の蒸留塔を用いて、効率よく酢酸エチルを分離精製する方法。

【構成】 蒸留塔塔頂凝縮器で凝縮液を豊水相部と貧水相部とに分離させ、貧水相部のみを選択的に蒸留塔に還流し、さらに、蒸留塔回収部より水を添加注入することによって、蒸留塔塔底より、実質的にエチルアルコール及び水を含まない酢酸エチルを回収する。

【効果】 上記三元混合物から、効率よく酢酸エチルを分離精製することが可能となった。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 エチルアルコールが酢酸エチルに対して、45wt%以内の濃度範囲にある酢酸エチル、エチルアルコール及び、水の混合物から酢酸エチルを分離精製する方法において、一本の蒸留塔を用い、その塔頂から上記混合物で構成される、共沸組成もしくはこれに近い組成の留分を留出させ、この混合物を凝縮器により凝縮し、凝縮により生じた二液相を分離させた後、大部分が酢酸エチルである貧水相側のみ蒸留塔に還流することによって、蒸留塔の塔底からエチルアルコール及び、水をほとんど含まない酢酸エチルを得ることを特徴とする酢酸エチルの精製方法。

【請求項2】 前記蒸留塔の原料供給段から下部の蒸留塔回収部に水を添加注入することによって、エチルアルコールが塔底より留出しないようにすることを特徴とする請求項1に記載の酢酸エチルの精製方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、触媒の存在下、エチレンと酢酸の合成反応により得られる酢酸エチル、エチルアルコール及び、水の混合物から、酢酸エチルを分離精製する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】ヘテロポリ酸を主触媒としてエチレンと酢酸を気相下で反応させて酢酸エチルを製造することは特許出願済（特願平2-258233他）であるが、工業化水準での反応生成物の精製方法については、未だ解決されていない。前記反応生成物には、酢酸エチルの他、触媒の活性維持のために添加された水、さらには副生成物であるエチルアルコールが含まれている。これら三元混合物を通常の蒸留操作によって精製しようとするならば、塔頂蒸気組成は三元系共沸組成を形成し、原料供給組成の変化に伴って、塔底から水及び、エチルアルコールが留出するため、前記混合物から酢酸エチルを分離精製することはできない。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の問題点を解決し、高純度酢酸エチルを効率よく回収する方法を提供しようとするものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、一本の蒸留塔で酢酸エチルの脱水及び脱エチルアルコールを同時に行える蒸留法について、種々検討を重ねた結果、特定の還流システムを設け、さらに、蒸留塔回収部に水を添加注入することによって、蒸留塔塔底から、実質的に水及び酢酸エチルを含まない、高純度の酢酸エチルが得られることを見出し本発明に至った。

【0005】その要旨は、エチルアルコールが酢酸エチルに対して45wt%以内の濃度範囲にある酢酸エチル、エチルアルコール及び、水の混合物から酢酸エチルを分

離精製する方法において、一本の蒸留塔を用い、その塔頂から上記混合物で構成される、共沸組成もしくはこれに近い組成の留分を留出させ、この混合物を凝縮器により凝縮し、凝縮により生じた二液相を分離させた後、大部分が酢酸エチルである貧水相側のみ蒸留塔に還流することによって、蒸留塔の塔底からエチルアルコール及び、水をほとんど含まない酢酸エチルを得ることを特徴とする酢酸エチルの精製方法であるが、以下、図1、図2により発明の構成の具体例を説明する。

10 【0006】図1において、原料供給管1からエチルアルコールが酢酸エチルに対して45wt%以下の濃度範囲にある酢酸エチル、エチルアルコール及び水の混合物を供給し、これを蒸留塔により蒸留して塔底抜出管7を通じて高純度の酢酸エチルを回収しようとするのであるが、この場合、塔頂抜出管8中の塔頂留出液中のエチルアルコールは、上記三元系共沸組成である8.4wt%以上には濃縮できず、また、この組成近傍において、酢酸エチルはエチルアルコールに対し、低沸点成分としての挙動を示すため、通常の還流方式では塔底抜出液からエチルアルコールを除去することはできない。

20 【0007】本発明においては、塔頂留出物が、冷却後二相に分離し、しかも、豊水相側のエチルアルコール濃度が、貧水相側のエチルアルコール濃度より高いことに着目し、図1の如く塔頂留出液抜出管8を通じてデカンター20に導き、堰21により二相分離する。二相中、デカンター豊水相3は、豊水相抜出管4を通じて排出させ、一方、デカンター貧水相2は、一部を貧水相還流管6を通じて塔上部に適当な還流比で還流させ、残部を貧水相抜出管5を通じて排出させる。貧水相のみの還流において、貧水相中のエチルアルコール濃度に対する水濃度の割合は、三元共沸組成の濃度の場合と比較して、大きいため、貧水相の還流量が増しても、塔頂において三元共沸系組成に必要な水が不足することはない。

30 【0008】従って、貧水相還流管6のみの還流により、酢酸エチルとエチルアルコールの相対揮発度に変化がもたらされ、酢酸エチルが高沸点成分としての挙動を示すようになり、塔底より精製された酢酸エチルが得られる。

40 【0009】原料供給管1からの三元混合物中の水濃度が低くなるにつれて、塔頂部は、三元共沸系組成における水分が不足するため、何等かの方法で水を補う必要が生じるが、豊水相3の一部を塔内に還流させた場合、分離した豊水相中の高濃度のエチルアルコールを再び塔に戻すことになり有効な方法ではない。

50 【0010】そこで、前記、水不足を補うため、原料供給段から下部の回収部に、水の注入管9を設けるが、この際、塔内の微妙な挙動の乱れによりエチルアルコールが回収部に落ちてきた場合に対して、水の添加による三元共沸系の形成によって、エチルアルコールを濃縮部に引き上げる効果も有し、水の注入量は回収部にエチルア

3

ルコールの検出器を設置し、検出濃度を水の注入量にフィードバックすることによって制御できる。

【0011】三元混合物の組成について、エチルアルコール濃度が酢酸エチルに対して45wt%、すなわち、エチルアルコールと酢酸エチルの二元共沸系組成を超えるエチルアルコールを含む場合、上記の蒸留方法では、蒸留塔回収部に水を添加注入しても、塔底からは酢酸エチルは得られず、従って、三元混合物から酢酸エチルを精製することはできない。

【0012】上記の三元系及び二元系混合物の常圧における共沸点の組成と温度は、

酢酸エチル-エチルアルコール-水

(82.6wt%, 8.4wt%, 9.0wt%) : 70.2℃

酢酸エチル-エチルアルコール

(69.0wt%, 31.0wt%) : 71.8℃

エチルアルコール-水

(96.0wt%, 4.0wt%) : 78.2℃

水-酢酸エチル

(91.5wt%, 8.5wt%) : 70.4℃

また、純物質の沸点

酢酸エチル: 76.8℃

エチルアルコール: 78.3℃

水: 100.0℃

である。

【0013】

【実施例】

(実施例1) 図1の構成を有する、内径50mmのオルダーショウ型精留器を用いて三元混合物の精製を行った。塔上部10を20段、塔中部11を10段、塔下部12を15段に対して、原料供給管1より予熱された混合液(酢酸エチル94.6wt%、エチルアルコール2.0wt%、水3.4wt%)100重量部を供給した。塔頂からの留出物中、貧水相2の組成は、酢酸エチル87.2wt%、エチルアルコール6.1wt%、水6.7wt%であり、これを貧水相還流管6を通じ117重量部を塔へ還流したところ、塔底から実質的に水分及びエチルアル

4

コールを含まない酢酸エチルが得られた。

【0014】(実施例2) 実施例1と同様の装置を用いて、原料供給管1より予熱された混合液(酢酸エチル94.3wt%、エチルアルコール3.3wt%、水2.1wt%)100重量部を供給し、さらに、塔回収部の水注入管9より予熱された水4重量部を供給した。塔頂からの留出物中、貧水相2の組成は、酢酸エチル87.7wt%、エチルアルコール5.7wt%、水6.5wt%であり、これを貧水相還流管6を通じ、173重量部を塔へ還流したところ、塔底から実質的に水分及びエチルアルコールを含まない酢酸エチルが得られた。

【0015】

【発明の効果】本発明により、前述、反応経路で得られたエチルアルコール、水及び酢酸エチルの混合物中から酢酸エチルを効率よく分離精製することが可能となった。

【図面の簡単な説明】

【図1】塔内凝縮器を用いた場合の本発明の具体的実施例を示した説明図である。

20 【図2】塔外凝縮器を用いた場合の本発明の具体的実施例を示した説明図である。

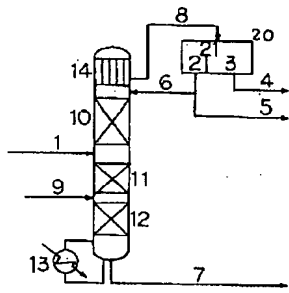
【符号の説明】

- 1 原料供給管
- 2 デカンター貧水相
- 3 デカンター豊水相
- 4 豊水相拔出管
- 5 貧水相拔出管
- 6 貧水相還流管
- 7 塔底拔出管
- 8 塔頂拔出管
- 9 水注入管
- 10、11、12 塔
- 13 リボイラー
- 14 塔頂凝縮器
- 15 外部凝縮器
- 20 デカンター
- 21 塔

(4)

特開平5-186392

【図1】



【図2】

